

ACTIVE CARBON TREATED BY CHITOSAN FOR DEODORIZING AND DECOLORING SURFACTANT AND DEODORIZING AND DECOLORIZATION OF SURFACTANT USING THE SAME

Patent number: JP10297913
Publication date: 1998-11-10
Inventor: KIKUCHI RYUJI; FUJII TAMOTSU
Applicant: KAWAKEN FINE CHEMICALS CO
Classification:
- **International:** C01B31/08; A61K7/00; B01F17/00; B01J20/20; C08B37/08
- **European:**
Application number: JP19970105778 19970423
Priority number(s): JP19970105778 19970423

[Report a data error here](#)

Abstract of JP10297913

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for deodorizing and decoloring a surfactant in which the surfactant can be deodorized and decolored with a simple apparatus according to simple operations at a low cost in a short time without elution into the surfactant by bringing the surfactant into contact with active carbon treated with chitosan used for deodorizing and decoloring of the surfactant. **SOLUTION:** Chitosan used for treatment of active carbon is an almost colorless and odorless white powder available at a low cost. The chitosan is obtained by deacetylating chitin which is a natural product obtained from shells of crabs and lobsters, has no toxicity, irritation and biodegradability and is used as foods, cosmetics and detergents. The chitosan is a polyamine polymer and, therefore, acts as a flocculant to entrap, connect and flocculate the active carbon grains. The active carbon treated by the chitosan is obtained by initially dissolving the chitosan in a dilute acid, suspending the active carbon in the resultant solution, regulating the liquidity to a neutral or an alkaline one, precipitating the chitosan and integrating the chitosan with the active carbon. The molecular weight of the chitosan is $\geq 1,000$ without limitation thereon if the chitosan may be soluble in the dilute acid. The amount of the chitosan used is 0.05-50 wt.% based on the active carbon.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-297913

(43) 公開日 平成10年(1998)11月10日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	F I	
C 0 1 B 31/08		C 0 1 B 31/08	Z
A 6 1 K 7/00		A 6 1 K 7/00	Z
B 0 1 F 17/00		B 0 1 F 17/00	
B 0 1 J 20/20		B 0 1 J 20/20	Z
C 0 8 B 37/08		C 0 8 B 37/08	
審査請求 未請求 請求項の数8 O L (全 8 頁)			

(21) 出願番号 特願平9-105778

(22) 出願日 平成9年(1997)4月23日

(71) 出願人 390003001

川研ファインケミカル株式会社

東京都中央区日本橋堀留町2丁目3番3号

(72) 発明者 菊地 隆二

埼玉県川越市今福2835 川研ファインケミカル株式会社内

(72) 発明者 藤井 保

埼玉県川越市今福2835 川研ファインケミカル株式会社内

(74) 代理人 弁理士 岸田 正行 (外4名)

(54) 【発明の名称】 界面活性剤の脱臭脱色用キトサン処理活性炭およびそれを用いた界面活性剤の脱臭脱色方法

(57) 【要約】

【課題】 界面活性剤の脱臭脱色を、簡略な装置、簡便な操作、短時間に、低コストに、かつ、界面活性剤への有害物質の溶出なしに行う。

【解決手段】 界面活性剤をキトサン処理活性炭と接触させることを特徴とする界面活性剤の脱臭脱色方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 界面活性剤の脱色脱臭に用いられるキトサンにより処理された活性炭。

【請求項2】 界面活性剤をキトサン処理活性炭と接触させることを特徴とする界面活性剤の脱臭脱色方法。

【請求項3】 界面活性剤にキトサン処理活性炭を懸濁して濾過することを特徴とする請求項2に記載の界面活性剤の脱臭脱色方法。

【請求項4】 キトサン処理活性炭を充填したカラムに界面活性剤を通過することを特徴とする請求項2に記載の界面活性剤の脱臭脱色方法。

【請求項5】 界面活性剤が、陽イオン界面活性剤、陰イオン界面活性剤、両性界面活性剤および非イオン界面活性剤から選ばれる一種以上を含む界面活性剤であることを特徴とする請求項2ないし請求項4のいずれか1項に記載の界面活性剤の脱臭脱色方法。

【請求項6】 キトサン処理活性炭の使用量が、界面活性剤に対して0.5～50重量%であることを特徴とする請求項2記載の界面活性剤の脱臭脱色方法。

【請求項7】 キトサン処理活性炭のキトサン処理量が、活性炭に対して0.05～50重量%であることを特徴とする請求項2記載の界面活性剤の脱臭脱色方法。

【請求項8】 キトサン処理活性炭を、コロイド破壊能を有する濾過助剤として、活性炭が濾過漏れした濾液に添加して濾過することを特徴とする活性炭が濾過漏れした濾液の濾過方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、種々の化粧品や洗浄剤に使用可能な、着色・臭気の少ない界面活性剤を得るために用いるキトサン処理活性炭およびそれを用いた界面活性剤の脱色脱臭方法に関する。

【0002】

【従来の技術】界面活性剤は化粧料や洗浄剤中の主成分であるが、従来は界面活性剤特有の臭気を香料でマスクしたり、色素を配合することで製品を着色させることが当然のごとく行われていたため、界面活性剤の臭気や色相を気にすることはなかった。近年、市販の化粧品や身体洗浄剤では安全性の問題から無香料・無添加を志向することが多くなってきた。このため、着色や臭いが少ない界面活性剤が求められていた。また、安全性や界面活性性能においては極めて優れるものの、臭気や着色が強く、化粧品や洗浄剤に配合できなかった界面活性剤も多く存在し、これら界面活性剤の工業的に安価かつ簡便な脱臭脱色方法の開発が望まれていた。

【0003】着色、臭気を有する界面活性剤を脱臭脱色する方法として、活性白土、セライト、セルロース、アルミナ、シリカ、マグネシア、チタニア、ジルコニア、ゼオライト、ハイドロタルサイト、活性炭等の吸着剤に、着色や臭気の原因となる成分を吸着させる方法が知

られている。しかしながら、程度の差はあるものの、これらの吸着剤はいずれも、すくなくらず界面活性剤によって可溶化され、いわゆる「濾過漏れ」、すなわち吸着剤が濾材を通過してしまう現象が起こる。「濾過漏れ」した吸着剤を界面活性剤から分離するのは、遠心分離、吸引濾過、加圧濾過等の通常の固液分離方法では非常に困難で、限外濾過、透析膜等の特殊な分離操作を必要とした。濾過漏れを防ぐために、目の細かい濾材を用いて濾過を行おうとすると、濾過時間が極端に長くなり、工業的な規模での処理は困難であった。

【0004】このように従来の方では、装置、コスト、作業性の点で問題があった。さらに、金属酸化物系の吸着剤は、重金属の界面活性剤への溶出が見られるため、安全性の点で問題があった。

【0005】活性炭は、他の吸着剤よりも大きな表面積を有しているため脱臭脱色能力には優れるが、界面活性剤により容易に1次粒子にまで分散、可溶化されてしまうために、特に顕著な「濾過漏れ」現象が見られる。したがって、界面活性剤を活性炭で処理する技術は、これまで知られていなかった。

【0006】また、活性炭以外の吸着剤については、活性炭よりは「濾過漏れ」がすくないものの、その表面積が活性炭と比較すると小さいために、界面活性剤の脱臭脱色を完全に行うためには、莫大な量の吸着剤を使用する必要があり、装置、コスト、作業性の点で問題があった。

【0007】食品を活性炭により生成する際に、食品中の界面活性剤によって分散、可溶化された活性炭の「濾過漏れ」成分を分離除去する方法として、特開昭57-136908号に、被精製液を酸性としてキトサン粉末を溶解し、その後被精製液をアルカリ性として、キトサンと共に「濾過漏れ」した活性炭を析出分離する方法が知られている。しかしながら、界面活性剤のpHを変化させた場合、界面活性剤の成分そのものが変色、あるいは析出する事がある。また、pH調整の際に必然的に生成する塩が界面活性剤中に残留し、界面活性剤の粘度が変化してしまうなど品質に悪影響を及ぼすという問題もあった。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】既述のように従来の界面活性剤の脱臭脱色方法は、装置、コスト、作業性、界面活性剤への有害物質の溶出による安全性の点で問題があった。そこで、本発明が解決しようとする課題は、簡略な装置、簡便な操作、短時間に、低コストに、かつ、界面活性剤への有害物質の溶出なしに、界面活性剤の脱臭脱色が行える方法を提供することであった。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、界面活性剤の脱臭脱色方法と、それに使用する吸着剤について鋭意検討した結果、キトサンを希酸に溶解した溶液に活性

炭を懸濁しキトサンを活性炭に作用させ、その後、液性を中性～アルカリ性としてキトサンを析出させることで、キトサン処理活性炭が得られ、さらに、このキトサン処理活性炭を吸着剤として使用することで、全く「汙過漏れ」なしに、界面活性剤の脱臭脱色を行う方法を見だし、本発明を完成するに至った。

【0010】すなわち、本発明は、(1)界面活性剤の脱色脱臭に用いられるキトサンにより処理された活性炭、(2)界面活性剤をキトサン処理活性炭と接触させることを特徴とする界面活性剤の脱臭脱色方法、(3)界面活性剤にキトサン処理活性炭を懸濁して汙過することを特徴とする前記(2)項に記載の界面活性剤の脱臭脱色方法、(4)キトサン処理活性炭を充填したカラムに界面活性剤を通過することを特徴とする前記(2)項に記載の界面活性剤の脱臭脱色方法、(5)界面活性剤が、陽イオン界面活性剤、陰イオン界面活性剤、両性界面活性剤および非イオン界面活性剤から選ばれる一種以上を含む界面活性剤であることを特徴とする前記(2)項ないし前記(4)項のいずれか1項に記載の界面活性剤の脱臭脱色方法、(6)キトサン処理活性炭の使用量が、界面活性剤に対して0.5～50重量%であることを特徴とする前記(2)項に記載の界面活性剤の脱臭脱色方法、(7)キトサン処理活性炭のキトサン処理量が、活性炭に対して0.05～50重量%であることを特徴とする(2)項の界面活性剤の脱臭脱色方法、

(8)キトサン処理活性炭を、コロイド破壊能を有する汙過助剤として、活性炭が汙過漏れした汙液に添加して汙過することを特徴とする活性炭が汙過漏れした汙液の汙過方法、に関するものである。

【0011】

【発明の実施の形態】本発明の活性炭の処理に用いるキトサンは、ほぼ無色無臭の白色粉末で、安価に安定して常時入手可能である。またキトサンは、カニやエビの甲羅から得られる天然物であるキチンを脱アセチル化して得られるものであるため、毒性や刺激性は全くなく、すでに食品や化粧料に配合されている。さらに生分解性もよく、洗浄剤などにもちいてもキトサンによる汚染はない。また、キトサンはポリアミン高分子なので、カチオン性凝集剤としての性質を有しており、その凝集作用によって活性炭粒子を捕捉連結して凝集する。キトサンによって凝集された活性炭は、界面活性剤によって分散、可溶化されることはなく、したがって「汙過漏れ」もほとんどない。

【0012】本発明のキトサン処理活性炭の製造方法は以下の様である。まず、キトサンを希酸に溶解し、この溶液に活性炭を懸濁させる。その後、液性を中性～アルカリ性とし、キトサンを析出させることでキトサンと活性炭とを一体化させ、キトサン処理活性炭を得る。本発明の界面活性剤の脱臭脱色方法は特に限定されないが、例えば以下の様である。キトサン処理活性炭と界面活性

剤とを懸濁、あるいはキトサン処理活性炭を充填したカラムに界面活性剤を通過させる方法で行うことができる。

【0013】本発明のキトサン処理した活性炭の製造に使用されるキトサンは、分子量1000以上のものが使用される。分子量が1000未満では、溶液の液性が中性～弱酸性程度でもキトサンが溶出してしまう。分子量の上限は特に制限はなく、希酸に可溶であればよい。キトサンの脱アセチル化度についても特に制限はなく、希酸に可溶であればよい。キトサンの使用量は、活性炭に対して0.05～50重量%が好ましい。0.05%未満の使用量では、キトサンの凝集作用が弱く、活性炭の「汙過漏れ」が起きてしまう。また、50%を超えて使用すると、キトサン処理活性炭がゲル状となって乾燥が困難になり、操作性が悪くなる。

【0014】活性炭については、その原料に特に制限はなく、例えば、木炭系、ヤシガラ系、泥炭系等が使用される。また、その形状についても特に制限はなく、粉末状、顆粒状、ペレット状等が使用される。さらに、その製造方法についても特に制限はなく、薬品賦活品、ガス賦活品、水蒸気賦活品等が使用される。

【0015】キトサンを一旦溶解させるために使用される酸の種類としては、特に制限はなく、塩酸、硫酸、硝酸、リン酸等の無機酸、酢酸、ギ酸、クエン酸、酒石酸等の有機酸が使用される。また、その使用量についても、特に制限はないが、キトサンが溶解する最小量を適宜使用すればよい。過剰量を使用しても、それを中和するためのアルカリの使用量が多くなるだけで意味はない。

【0016】キトサンを活性炭に作用させる際の温度は、常圧で0℃～100℃の範囲である。0℃未満では作用に要する時間が長くなり、100℃を超えるとキトサンが変質してしまう。また、作用させる際の温度は、その温度条件等によって異なるので一概には言えないが、数十分～数時間程度でよい。

【0017】キトサンを析出させるために使用するアルカリの種類としては特に制限はなく、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化カルシウム、アンモニア、トリエタノールアミン等が使用される。また、その使用量についても特に制限はなく、液性を中性～弱アルカリ性にするための最小量を使用すればよい。過剰量を使用しても、それを洗浄するための水の使用量が多くなるだけで意味はない。

【0018】キトサンを析出させる際の温度は、常圧で0℃～100℃の範囲である。0℃未満では析出に要する時間が長くなり、100℃を超えるとキトサンが変質してしまう。また、キトサン析出の際の温度は、その温度条件等によって異なるので一概には言えないが、数十分～数時間程度でよい。

【0019】キトサン処理活性炭の懸濁液をアルカリで

中和した後は、過剰のアルカリ、塩等を洗浄し、キトサン処理活性炭を通常の固液分離方法、例えば遠心分離、加圧濾過、吸引濾過等で得る。キトサン処理活性炭はウェットの状態で使用しても、減圧、あるいは常圧で100℃以下の温度で加熱乾燥した後使用しても、いずれでもよい。

【0020】界面活性剤の脱臭脱色に使用されるキトサン処理活性炭の使用量は、界面活性剤に対して0.5～50重量%の範囲である。0.5%未満の使用量では脱臭脱色の効果が弱く、50%を超えて使用するとキトサン処理活性炭と界面活性剤との分離に長時間を要する。

【0021】キトサン処理活性炭と界面活性剤との接触方法は限定されないが、キトサン処理活性炭と界面活性剤とを懸濁させる方法、あるいはキトサン処理活性炭を充填したカラムに界面活性剤を通液させる等の方法がよい。懸濁法によりキトサン処理活性炭と界面活性剤を懸濁させる方法は、懸濁後キトサン処理活性炭を遠心分離、加圧濾過、吸引濾過等の公知手段により濾過すればよい。

【0022】また、キトサン処理活性炭は繰り返し使用が可能で、その耐久性については使用条件等によって異なるので一概には言えないが、数回～数十回の繰り返し使用が可能である。

【0023】また、キトサン処理活性炭は、「濾過漏れ」した活性炭を含む界面活性剤溶液等の濾液から、「濾過漏れ」した活性炭を分離除去する際の、コロイド破壊能を有する濾過助剤として使用することも可能である。「濾過漏れ」した活性炭は、界面活性剤溶液中で、活性炭の1次粒子を中心とするコロイドを形成していると考えられる。今のところ詳細な機構はよく分からないが、キトサン処理活性炭は、何らかの作用によってこのコロイドを破壊し、活性炭の1次粒子を補足する能力を有するものと考えられる。

【0024】濾過の方法は、遠心分離、加圧濾過、吸引濾過等である。その際のキトサン処理活性炭の使用量は、界面活性剤溶液に対して0.1～50重量%の範囲である。0.1%未満では、「濾過漏れ」を完全に止めることはできず、50%を超えると、濾過に長時間を要する。

【0025】脱臭脱色可能な界面活性剤としては、陽イオン界面活性剤、陰イオン界面活性剤、両性界面活性剤および非イオン界面活性剤のいずれでもよく、またこれら界面活性剤の混合物やこれらの界面活性剤を含む洗浄剤組成物や化粧料組成物でもよい。

【0026】本発明方法で処理できる陽イオン界面活性剤としては、具体的に例示すれば、塩化ラウリルトリメチルアンモニウム、塩化ステアリルトリメチルアンモニウム、塩化ジステアリルジメチルアンモニウムなどの第4級アンモニウム塩型カチオン界面活性剤などが挙げられる。

【0027】本発明方法で処理できる陰イオン界面活性剤としては、具体的に例示すれば、ラウリン酸ナトリウム、ラウリン酸トリエタノールアミンなどの脂肪酸石けん、アルキルベンゼンスルホン酸塩、 α -オレフィンスルホン酸塩、ラウリル硫酸ナトリウム、ラウリル硫酸トリエタノールアミンなどラウリル硫酸塩、ポリオキシエチレン(3)ラウリルエーテル硫酸ナトリウムなどのエーテル硫酸塩、ポリオキシエチレン(3)ヤシ油脂肪酸アミド硫酸ナトリウムなどのアミドエーテル硫酸塩、モノドデシルリン酸トリエタノールアミン、ポリオキシエチレンドデシルエーテルリン酸ナトリウムなどのリン酸エステル類、ココイルメチルタウリンナトリウム、ラウロイルメチルタウリンナトリウムなどのアシルメチルタウリン塩、ラウロイルイセチオン酸ナトリウムなどのアシルイセチオン酸塩、スルホコハク酸ラウリル二ナトリウム、POE(1～4)スルホコハク酸ラウリル二ナトリウム、ポリオキシエチレン(5)ラウリン酸モノエタノールアミドスルホコハク酸二ナトリウムなどのスルホコハク酸型界面活性剤、アルキルエーテルカルボン酸塩、ココイルサルコシンナトリウム、ラウロイルサルコシンナトリウム、ミリスチルサルコシンナトリウム、ラウロイルサルコシナリウム、ラウロイルサルコシントリエタノールアミンなどのN-アシルサルコシン塩、ココイル-N-メチル- β -アラニンナトリウム、ラウロイル-N-メチル- β -アラニンナトリウム、ミリスチル-N-メチル- β -アラニンナトリウム、パルミトイル-N-メチル- β -アラニンナトリウム、ステアロイル-N-メチル- β -アラニンナトリウム、ラウロイル-N-メチル- β -アラニナリウム、ラウロイル-N-メチル- β -アラニントリエタノールアミンなどのN-アシル- β -アラニン塩、N-ラウロイルアスパラギン酸ナトリウム、N-ラウロイルアスパラギン酸トリエタノールアミン、N-ミリスチルアスパラギン酸ナトリウムなどのN-アシルアスパラギン酸塩、N-ラウロイルグルタミン酸ナトリウム、N-ラウロイルグルタミン酸トリエタノールアミン、N-ココイルグルタミン酸ナトリウム、N-ココイルグルタミン酸トリエタノールアミンなどのN-アシルグルタミン酸塩などのアミドカルボン酸型界面活性剤などが挙げることができる。

【0028】本発明方法で処理できる両性界面活性剤としては、具体的に例示すれば、ラウリルベタインなどのアルキルベタイン型両性界面活性剤、ラウロイルアミドプロピルベタインなどのアミドベタイン型両性界面活性剤、2-アルキル-N-カルボキシメチルイミダゾリニウムベタイン、および2-アルキル-N-カルボキシエチルイミダゾリニウムベタインなどのイミダゾリン型両性界面活性剤、N-2-ヒドロキシエチル-N-2-ラウリン酸アミドエチルグリシン、N-2-ヒドロキシエチル-N-2-ヤシ油脂肪酸アミドエチルグリシン、N-2-ヒドロキシエチル-N-2-ラウリン酸アミドエ

チルーβ-アラニン、N-2-ヒドロキシエチルーN-2-ヤシ油脂肪酸アミドエチルーβ-アラニン、N-カルボキシメチルーN-{2-[N'-(2-ヒドロキシエチル)ラウリン酸アミド]エチル}グリシン、N-カルボキシメチルーN-{2-[N'-(2-ヒドロキシエチル)ヤシ油脂肪酸アミド]エチル}グリシン、N-{2-[N-(2-ヒドロキシエチル)ラウリン酸アミド]エチル}グリシン、N-{2-[N-(2-ヒドロキシエチル)ヤシ油脂肪酸アミド]エチル}グリシンなどのアミドアミン型両性界面活性剤、アルキルスルホベタイン型両性界面活性剤、ヤシ油脂肪酸アミドジメチルヒドロキシアロピルスルホベタインなどのアミドスルホベタイン型両性界面活性剤などが挙げられる。

【0029】本発明方法で処理できる非イオン界面活性剤としては、具体的に例示すれば、ヤシ油脂肪酸ジエタノールアミド、およびラウリン酸ジエタノールアミドなどの脂肪酸ジエタノールアミド、ヤシ油脂肪酸モノエタノールアミド、およびラウリン酸モノエタノールアミドなどの脂肪酸モノエタノールアミド、ヤシ油脂肪酸ジグリコールアミド、ラウリン酸ジグリコールアミドなどの脂肪酸ジグリコールアミド、ラウリン酸イソプロパノールアミドなどの脂肪酸イソプロパノールアミド、ポリオキシエチレン(2)ラウリン酸モノエタノールアミド、およびポリオキシエチレン(5)ヤシ油脂肪酸モノエタノールアミドなどのポリオキシエチレン脂肪酸モノエタノールアミド、脂肪酸エステル、ラウリルジメチルアミンオキサイドなどのアルキルアミンオキサイド、POE高級アルコールエーテル、POEアルキルフェニルエーテル、並びにデシルグルコシドなどのアルキルグルコシドなどの非イオン界面活性剤などが挙げられる。

【0030】本発明方法で得られる脱臭脱色された界面活性剤は、脱臭脱色処理前に比べて、色相、臭気の点で著しく改善される。また、本発明のキトサン処理活性炭は、「汙過漏れ」が全くなく、かつ、汙過性に優れ、汙過に要する時間は、未処理の活性炭と比較して、1/10程度に短縮される。界面活性剤へのキトサンの溶出も検出限界(100ppm)以下である。

【0031】本発明の、キトサン処理活性炭による界面活性剤の脱臭脱色方法では、キトサンの凝集作用によって、活性炭の微粒子が捕捉連結されているので、活性炭が「汙過漏れ」する事はない。また、キトサンの溶出も検出限界(100ppm)以下であり、仮に極微量のキトサンの溶出があったとしても、キトサンは人畜無害、かつ生分解性の天然高分子なので、何ら悪影響はない。

【0032】本発明方法で得られる脱臭脱色された界面活性剤は、脱臭脱色処理前に比べて、色相、臭気の点で著しく改善される。したがって、特に臭気を問題にする製品への配合に適している。たとえば、リンス、ヘアトリートメント、ヘアスプレー、ヘアセット剤、化粧水、クリーム、ローション、ファンデーション、シェービン

グ剤、バス剤などの化粧料やシャンプー、ボディーシャンプー、ハンドクリーナー、洗濯用洗剤、台所洗剤、自動食器洗い機用洗剤、住居用洗浄剤、硬質表面洗浄剤などの洗浄剤に好適である。

【0033】

【実施例】以下、実施例及び比較例をあげて、本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0034】実施例1(10%キトサン処理活性炭の製造)

分子量30万、脱アセチル化度50%のキトサン乾燥粉末0.5gを1%酢酸水溶液に溶解し、活性炭(商品名「シラサギA」、武田薬品工業株式会社製)5gを加えた。その懸濁液を室温で2時間攪拌し、キトサンを活性炭に作用させた。その後、48%水酸化ナトリウム水溶液2gを加え、室温で1時間攪拌し、キトサンを析出させ、キトサン処理活性炭を得た。得られたキトサン処理活性炭をキリヤマロートで分離し、1リットルの水で洗浄した。ろ液中のキトサン量をElson-Morgan法で定量したところ、濃度は検出限界(100ppm)以下であった。得られたキトサン処理活性炭の水分量は76%であった。

【0035】実施例2(0.1%キトサン処理活性炭の製造)

分子量5万、脱アセチル化度80%のキトサン乾燥粉末50mgを1%塩酸水溶液に溶解し、活性炭(商品名「SX EXTRA」、NORIT社製)5gを加えた。その懸濁液を室温で2時間攪拌し、キトサンを活性炭に作用させた。その後、48%水酸化カリウム水溶液2gを加え、室温で1時間攪拌し、キトサンを析出させ、キトサン処理活性炭を得た。得られたキトサン処理活性炭をキリヤマロートで分離し、1リットルの水で洗浄した。ろ液中のキトサン量をElson-Morgan法で定量したところ、濃度は検出限界(100ppm)以下であった。得られたキトサン処理活性炭の水分量は55%であった。

【0036】実施例3(キトサン処理活性炭充填カラムの製造)

実施例1で得られた10%キトサン処理活性炭2.0g(乾燥重量)を100mlの水に懸濁し、ボアサイズ3μm、直径47mmのメンブランフィルターを装着した容量300mlのメンブランフィルター汙過器に流し込み、その後水を除去し、キトサン処理活性炭充填カラムとした。キトサン処理活性炭の層の厚みは約1cmであった。

【0037】実施例4(ヤシ油脂肪酸アミドプロピルベタインナトリウムの脱臭脱色：懸濁法)

実施例1で得られた10%キトサン処理活性炭1.0g(乾燥重量)をヤシ油脂肪酸アミドプロピルベタインナトリウムの30%水溶液100gに加え、室温で90分

攪拌した。その後、懸濁液を直径150mmのキリヤマロートで、No. 4のろ紙を使用して減圧濾過した。濾過に要した時間は1.5分であった。濾過した界面活性剤の一部を、さらにポアサイズ0.1 μ mのメンブランフィルターで精密濾過したところ、フィルター濾過面上に活性炭は全く残留しておらず、最初の濾過での「濾過漏れ」は全くなかったと判断した。得られた界面活性剤を色差計で分析したところ、色相(Lab式)は、脱臭脱色処理前のL=99.3、a=-0.4、b=4.4、APHA=160からL=99.4、a=-0.4、b=3.3、APHA=100に改善された。脱臭の効果については、20名のテスターに、脱臭脱色処理前の界面活性剤とのにの比較判断を行ってもらったところ、5%有意で脱臭脱色処理後の界面活性剤の方がにおいが薄くなっていることがわかった。また、得られた界面活性剤中のキトサン量をElson-Morgan法で定量したところ、濃度は検出限界(100ppm)以下であった。

【0038】実施例5(ポリオキシエチレン(3)ラウリルエーテル酢酸ナトリウムの脱臭脱色：懸濁法)
実施例1で得られた10%キトサン処理活性炭1.0g(乾燥重量)をポリオキシエチレン(3)ラウリルエーテル酢酸ナトリウムの30%水溶液100gに加え、室温で90分攪拌した。その後、懸濁液を直径150mmのキリヤマロートで、No. 4のろ紙を使用して減圧濾過した。濾過に要した時間は1.5分であった。濾過した界面活性剤の一部を、さらにポアサイズ0.1 μ mのメンブランフィルターで精密濾過したところ、フィルター濾過面上に活性炭は全く残留しておらず、最初の濾過での「濾過漏れ」は全くなかったと判断した。得られた界面活性剤を色差計で分析したところ、色相(Lab式)は、脱臭脱色処理前のL=99.8、a=-0.2、b=1.1からL=99.9、a=-0.2、b=0.7に改善された。脱臭の効果については、20名のテスターに、脱臭脱色処理前の界面活性剤とのにの比較判断を行ってもらったところ、5%有意で脱臭脱色処理後の界面活性剤の方がにおいが薄くなっていることがわかった。また、得られた界面活性剤中のキトサン量をElson-Morgan法で定量したところ、濃度は検出限界(100ppm)以下であった。

【0039】実施例6(ポリオキシエチレン(5)ヤシ脂肪酸モノエタノールアミドの脱臭脱色：懸濁法)
実施例1で得られた10%キトサン処理活性炭1.0g(乾燥重量)をポリオキシエチレン(5)ヤシ脂肪酸モノエタノールアミドの30%水溶液100gに加え、室温で90分攪拌した。その後、懸濁液を直径150mmのキリヤマロートで、No. 4のろ紙を使用して減圧濾過した。濾過に要した時間は1.5分であった。濾過した界面活性剤の一部を、さらにポアサイズ0.1 μ mのメンブランフィルターで精密濾過したところ、フィル

ター濾過面上に活性炭は全く残留しておらず、最初の濾過での「濾過漏れ」は全くなかったと判断した。得られた界面活性剤を色差計で分析したところ、色相(Lab式)は、脱臭脱色処理前のL=99.0、a=-0.5、b=3.3からL=99.4、a=-0.5、b=2.2に改善された。脱臭の効果については、20名のテスターに、脱臭脱色処理前の界面活性剤とのにの比較判断を行ってもらったところ、5%有意で脱臭脱色処理後の界面活性剤の方がにおいが薄くなっていることがわかった。また、得られた界面活性剤中のキトサン量をElson-Morgan法で定量したところ、濃度は検出限界(100ppm)以下であった。

【0040】実施例7(ヤシ油脂肪酸サルコシナトリウムの脱臭脱色：懸濁法)
実施例1で得られた10%キトサン処理活性炭1.0g(乾燥重量)をヤシ油脂肪酸サルコシナトリウムの30%水溶液100gに加え、室温で90分攪拌した。その後、懸濁液を直径150mmのキリヤマロートで、No. 4のろ紙を使用して減圧濾過した。濾過に要した時間は5分であった。濾過した界面活性剤の一部を、さらにポアサイズ0.1 μ mのメンブランフィルターで精密濾過したところ、フィルター濾過面上に活性炭は全く残留しておらず、最初の濾過での「濾過漏れ」は全くなかったと判断した。得られた界面活性剤を色差計で分析したところ、色相(Lab式)は、脱臭脱色処理前のL=98.5、a=-0.3、b=4.3からL=99.2、a=-0.3、b=3.2に改善された。脱臭の効果については、20名のテスターに、脱臭脱色処理前の界面活性剤とのにの比較判断を行ってもらったところ、5%有意で脱臭脱色処理後の界面活性剤の方がにおいが薄くなっていることがわかった。また、得られた界面活性剤中のキトサン量をElson-Morgan法で定量したところ、濃度は検出限界(100ppm)以下であった。

【0041】実施例8(塩化ステアリルトリメチルアンモニウムの脱臭脱色：懸濁法)
実施例1で得られた10%キトサン処理活性炭1.0g(乾燥重量)を塩化ステアリルトリメチルアンモニウムの30%水溶液100gに加え、室温で90分攪拌した。その後、懸濁液を直径150mmのキリヤマロートで、No. 4のろ紙を使用して減圧濾過した。濾過に要した時間は3分であった。濾過した界面活性剤の一部を、さらにポアサイズ0.1 μ mのメンブランフィルターで精密濾過したところ、フィルター濾過面上に活性炭は全く残留しておらず、最初の濾過での「濾過漏れ」は全くなかったと判断した。得られた界面活性剤を色差計で分析したところ、色相(Lab式)は、脱臭脱色処理前のL=99.0、a=-0.7、b=6.2からL=99.1、a=-0.6、b=4.9に改善された。脱臭の効果については、20名のテスターに、脱臭脱色処

理前の界面活性剤とのにおいの比較判断を行ってもらったところ、5%有意で脱臭脱色処理後の界面活性剤の方がにおいが薄くなっていることがわかった。また、得られた界面活性剤中のキトサン量をE l s o n - M o r g a n法で定量したところ、濃度は検出限界(100ppm)以下であった。

【0042】実施例9(ヤシ油脂肪酸アミドプロピルベタインナトリウムの脱臭脱色:キトサン処理活性炭充填カラム通過法)

実施例3で得られたキトサン処理活性炭充填カラムに、ヤシ油脂肪酸アミドプロピルベタインナトリウム100gを通過させた。通過に要した時間は2時間であった(水流アスピレータ使用)。カラム通過後の界面活性剤の一部を、さらにポアサイズ0.1 μ mのメンブランフィルターで精密ろ過したところ、フィルターろ過面上に活性炭は全く残留しておらず、カラムを通過した際の「ろ過漏れ」は全くなかったと判断した。得られた界面活性剤を色差計で分析したところ、色相(Lab式及びAPHA式)は、脱臭脱色処理前のL=99.3、a=-0.4、b=4.4、APHA=160からL=99.4、a=-0.4、b=3.0、APHA=90に改善された。脱臭の効果については、20名のテスターに、脱臭脱色処理前の界面活性剤とのにおいの比較判断を行ってもらったところ、5%有意で脱臭脱色処理後の界面活性剤の方がにおいが薄くなっていることがわかった。また、得られた界面活性剤中のキトサン量をE l s o n - M o r g a n法で定量したところ、濃度は検出限界(100ppm)以下であった。

【0043】実施例10(ヤシ油脂肪酸アミドプロピルベタインナトリウムの脱臭脱色:キトサン処理活性炭をろ過助剤として使用する方法)

活性炭(商品名「シラサギA」、武田薬品工業製)0.2gとヤシ油脂肪酸アミドプロピルベタインナトリウム20gとを室温で90分攪拌した。その後、懸濁液を直径15.0mmのキリヤマロートで、No.4のろ紙を使用して減圧ろ過した。ろ過に要した時間は10分であった。得られた界面活性剤を色差計で分析したところ、色相(Lab式)は、処理前のL=99.3、a=-0.4、b=4.4からL=40.5、a=2.3、b=7.8になり、目視でも明らかに黒ずんでおり、「ろ過漏れ」が確認された。

【0044】次いで実施例3で得られたキトサン処理活性炭充填カラムに、前述のろ過漏れした活性炭を含む界面活性剤を通過させた。但し、キトサン処理活性炭充填カラムに使用したキトサン処理活性炭の量は0.2gであった。カラムを通過させた界面活性剤の一部を、さらにポアサイズ0.1 μ mのメンブランフィルターで精密ろ過したところ、フィルターろ過面上に活性炭は全く残留しておらず、カラムを通過した際の「ろ過漏れ」は全くなかったと判断した。得られた界面活性剤を色差計で

分析したところ、色相(Lab式)は、L=99.4、a=-0.4、b=3.3に改善された。脱臭の効果については、20名のテスターに、脱臭脱色処理前の界面活性剤とのにおいの比較判断を行ってもらったところ、5%有意で脱臭脱色処理後の界面活性剤の方がにおいが薄くなっていることがわかった。また、得られた界面活性剤中のキトサン量をE l s o n - M o r g a n法で定量したところ、濃度は検出限界(100ppm)以下であった。

【0045】比較例1(ヤシ油脂肪酸アミドプロピルベタインナトリウムの脱臭脱色)

活性炭(商品名「シラサギA」、武田薬品工業製)

1.0gとヤシ油脂肪酸アミドプロピルベタインナトリウム100gとを室温で90分攪拌した。その後、懸濁液を直径15.0mmのキリヤマロートで、No.4のろ紙を使用して減圧ろ過した。ろ過に要した時間は10分であった。得られた界面活性剤を色差計で分析したところ、色相(Lab式)は、処理前のL=99.3、a=-0.4、b=4.4からL=40.5、a=2.3、b=7.8になり、目視でも明らかに黒ずんでおり、「ろ過漏れ」が確認された。

【0046】比較例2(ポリオキシエチレン(3)ラウリルエーテル酢酸ナトリウムの脱臭脱色)

武田薬品工業製の活性炭(商品名:「シラサギA」):

1.0gとポリオキシエチレン(3)ラウリルエーテル酢酸ナトリウム:100gとを室温で90分攪拌した。その後、懸濁液を直径15.0mmのキリヤマロートで、No.4のろ紙を使用して減圧ろ過した。ろ過に要した時間は20分であった。得られた界面活性剤を色差計で分析したところ、色相(Lab式)は、処理前のL=99.8、a=-0.2、b=1.1から、L=36.2、a=1.8、b=5.5になり、目視でも明らかに黒ずんでおり、「ろ過漏れ」が確認された。

【0047】比較例3(ポリオキシエチレン(5)ヤシ油脂肪酸モノエタノールアミドの脱臭脱色)

活性炭(商品名「SX ULTRA」、NORIT社製)

1.0gとポリオキシエチレン(5)ヤシ油脂肪酸モノエタノールアミド100gとを室温で90分攪拌した。その後、懸濁液を直径15.0mmのキリヤマロートで、No.4のろ紙を使用して減圧ろ過した。ろ過に要した時間は60分であった。得られた界面活性剤を色差計で分析したところ、色相(Lab式)は、処理前のL=99.0、a=-0.5、b=3.3からL=39.1、a=2.0、b=4.9になり、目視でも明らかに黒ずんでおり、「ろ過漏れ」が確認された。

【0048】比較例4(ヤシ油脂肪酸サルコシナトリウムの脱臭脱色)

活性炭(商品名「シラサギA」、武田薬品工業製)

1.0gとヤシ油脂肪酸サルコシナトリウム100gとを室温で90分攪拌した。その後、懸濁液を直径15

0mmのキリヤマロートで、No. 4のろ紙を使用して減圧濾過した。濾過に要した時間は45分であった。得られた界面活性剤を色差計で分析したところ、色相(Lab式)は、処理前の $L=98.5$, $a=-0.3$, $b=4.3$ から $L=49.9$, $a=1.6$, $b=6.6$ になり、目視でも明らかに黒ずんでおり、「濾過漏れ」が確認された。

【0049】比較例5(塩化ステアリルトリメチルアンモニウムの脱臭脱色)

活性炭(商品名「シラサギ A」、武田薬品工業製)

1.0gと塩化ステアリルトリメチルアンモニウム100gとを室温で90分攪拌した。その後、懸濁液を直径150mmのキリヤマロートで、No. 4のろ紙を使用して減圧濾過した。濾過に要した時間は30分であった。得られた界面活性剤を色差計で分析したところ、色相(Lab式)は、処理前の $L=99.0$, $a=-0.$

7, $b=6.2$ から $L=40.2$, $a=1.9$, $b=7.1$ になり、目視でも明らかに黒ずんでおり、「濾過漏れ」が確認された。

【0050】

【発明の効果】本発明方法で得られる脱臭脱色された界面活性剤は、脱臭脱色処理前に比べて、色相、臭気の点で著しく改善される。また、本発明のキトサン処理活性炭は、「濾過漏れ」が全くなく、かつ、濾過性に優れ、濾過に要する時間は、未処理の活性炭と比較して、1/10程度に短縮される。界面活性剤へのキトサンの溶出も検出限界(100ppm)以下である。

【0051】さらに、本発明のキトサン処理活性炭は、活性炭が濾過漏れした濾液に添加して濾過することにより、コロイド破壊能を有する濾過助剤として作用し、濾過漏れした活性炭を補足することができる。

BEST AVAILABLE COPY

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

BEST AVAILABLE COPY